

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

**Silicon composition and method of producing the same**

Patent Number: ☐ US5605957  
Publication date: 1997-02-25  
Inventor(s): YOSHIDA YOSHIRO (JP)  
Applicant(s):: ALPS ELECTRIC CO LTD (JP)  
Requested Patent: ☐ DE4423203  
Application US19940257986 19940610  
Priority Number(s): JP19930189001 19930701  
IPC Classification: B01J13/00 ; C08L83/04  
EC Classification: C08J3/09, C10M169/00  
Equivalents: JP3221983B2, ☐ JP7018286

---

**Abstract**

---

A silicone composition containing: (A) 100 parts by weight of organopolysiloxane; 0.1 to 50 parts by weight of thickening agent (C) 0.01 to 20 parts by weight of fluorine-containing surfactant; and (D) 0.1 to 20 parts by weight of volatile water-soluble solvent.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



①⑨ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 44 23 203 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 44 23 203.9  
㉑ Anmeldetag: 1. 7. 94  
㉒ Offenlegungstag: 12. 1. 95

⑤ Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 08 L 83/04**  
C 08 K 5/09  
C 08 K 3/36  
C 08 J 3/20  
B 01 F 17/00  
C 10 M 169/00  
C 10 M 107/50  
// (C10M 169/00,  
107:50,117:02,  
131:12) C09D 183/04

**DE 44 23 203 A 1**

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①  
01.07.93 JP P 5-189001

⑦① Anmelder:  
Alps Electric Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

⑦④ Vertreter:  
Klunker, H., Dipl.-Ing. Dr.rer.nat.; Schmitt-Nilson, G.,  
Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Hirsch, P., Dipl.-Ing.,  
Pat.-Anwälte, 80797 München

⑦② Erfinder:  
Yoshida, Yoshiro, Furukawa, Miyagi, JP

⑤④ **Siliconzusammensetzung und Verfahren zu ihrer Herstellung**

⑤⑦ Es wird eine Silicon enthaltende, halbfeste Zusammensetzung geschaffen, die nicht auf der Oberfläche diffundiert. Die Siliconzusammensetzung enthält: (A) 100 Gewichtsteile Organopolysiloxan, (B) 0,1 bis 50 Gewichtsteile Verdickungsmittel, (C) 0,01 bis 20 Gewichtsteile Fluor enthaltendes oberflächenaktives Mittel, und (D) 0,1 bis 20 Gewichtsteile flüchtiges, wasserlösliches Lösungsmittel.

**DE 44 23 203 A 1**

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Siliconzusammensetzung, die als Hauptbestandteil flüssiges Organopolysiloxan enthält und durch ein Verdickungsmittel in halbfeste Form gebracht ist.

Bisher haben die Schmiermittel, die verwendet werden für den leichtgewichtigen Gleitteil bei elektronischen Gerätschaften, auf den eine geringe Belastung ausgeübt wird, und dergleichen, Silicon, Mineralöl und synthetisches Öl eingemischt. Unter ihnen sind in den letzten Jahren die Silicon enthaltenden Schmiermittel, die sich über einen langen Zeitraum nicht durch Oxidation verschlechtern, dazu gekommen, einen sehr wichtigen Platz einzunehmen, weil sie über einen ausgedehnten Zeitraum verlässlich sind. Zusätzlich werden sie in weitem Umfang verwendet, weil sie hervorragende Eigenschaften im Tieftemperaturbereich haben. Im Gegensatz dazu verschlechtern sich Schmiermittel, die Mineralöl enthalten, und Schmiermittel, die synthetisches Öl enthalten, leicht im Vergleich zu Schmiermitteln, die Silicon enthalten, und die Ölviskosität steigt im Tieftemperaturbereich im allgemeinen drastisch an und macht es dadurch schwierig, einen stabilen, mechanischen Betrieb zu garantieren. Auf solche Weise liefern die Silicon enthaltenden Schmiermittel eine gute Leistung für die Verwendung bei dem relativ leichtgewichtigen Gleitteil, auf den eine relativ geringe Belastung ausgeübt wird. Derartige Schmiermittel neigen jedoch dazu, als ein Ergebnis der Eigenschaften, die sie auf der Oberfläche haben, sich auf der Aufbringungsoberfläche beträchtlich auszubreiten. Dementsprechend verteilt sich die Schmiermittelzusammensetzung und haftet an Bereichen, wo sie nicht in erster Linie sein sollte, wodurch sie ein sehr lästiges Problem verursacht.

Es gibt Silicon enthaltende Zusammensetzungen, Verbindungen und Klebstoffe, die zur Verbesserung der Wärmeabstrahlung und dergleichen verwendet werden. Diese breiten sich jedoch in gleicher Weise zu unnötigen Bereichen auf der Oberfläche hin aus und sickern aus, was es sehr unangenehm macht, mit ihnen zu arbeiten und die fertiggestellten Produkte zu verwenden, die sie enthalten.

Andererseits wurden bis zur heutigen Zeit verschiedene Versuche unternommen, das Aussickern der Zusammensetzungen, die einen derartigen flüssigen Bestandteil als den Hauptbestandteil enthalten, zu minimieren. Dies kann für einige derartige Zusammensetzungen mittels üblicher Methoden erreicht werden. Diese Methoden bestehen jedoch darin, einfach Fluor enthaltende oberflächenaktive Mittel zu den Zusammensetzungen hinzuzufügen, was bedeutet, daß man von ihnen erwarten kann, daß sie wirksam sind für Zusammensetzungen, die als Hauptbestandteil andere flüssige Bestandteile enthalten als die in Silicon enthaltenen Zusammensetzungen, aber nicht für diejenigen in Silicon enthaltenen Zusammensetzungen. Das liegt daran, daß die Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittel in den Silicon enthaltenden Zusammensetzungen weder wirksam dispergiert werden noch wirksam an der Grenzfläche in den gasförmigen, flüssigen und festen Phasen angeordnet werden, so daß es unmöglich ist, von dem Verfahren zu erwarten, daß es wirksam ist, ein Aussickern der Zusammensetzungen in etwa dem gleichen Ausmaß auszuschalten.

Zu diesem Zweck schafft die vorliegende Erfindung eine Siliconzusammensetzung, die in einer halbfesten Form verwendet wird, so daß sie sich nicht auf der Oberfläche verteilt.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist eine Siliconzusammensetzung der vorliegenden Erfindung zusammengesetzt aus (A) 100 Gewichtsteilen Organopolysiloxan, (B) 0,1 bis 50 Gewichtsteilen Verdickungsmittel, (C) 0,01 bis 20 Gewichtsteilen Fluor enthaltendem oberflächenaktivem Mittel und (D) 0,1 bis 20 Gewichtsteilen flüchtigem, wasserlöslichem Lösungsmittel, wobei die Zusammensetzung hergestellt wird nach einem Verfahren, das die folgenden Schritte aufweist, die streng in der folgenden Reihenfolge auszuführen sind. Mischen der Bestandteile (A) und (B), Lösen des Bestandteils (C) in dem Bestandteil (D), Hinzufügen der den Bestandteil (D) mit darin aufgelöstem Bestandteil (C) enthaltenen Mischung, die nach dem vorangehenden Schritt hergestellt wurde, zu der die Bestandteile (A) und (B) enthaltenden Mischung, die in dem früheren Schritt hergestellt wurde, wonach die sich ergebende Mischung gleichförmig dispergiert und geknetet wird.

Bei der vorliegenden Erfindung wird in der folgenden Formel 3 die durchschnittliche rationelle Formel von Polyorganosiloxan (Bestandteil A), das der Hauptbestandteil der Siliconzusammensetzung ist, dargestellt.



In der Formel kann die organische Gruppe  $R^1$ , die an ein Siliziumatom gebunden ist, eine Alkylgruppe mit 1 bis 30 Kohlenstoffatomen darstellen, wie eine Methylgruppe, eine Ethylgruppe, eine Propylgruppe, eine Butylgruppe, eine Amylgruppe, eine Hexylgruppe, eine Oktylgruppe, eine Dodecylgruppe, eine Hexadecylgruppe, eine Octadecylgruppe und eine Eicosylgruppe, eine Arylgruppe wie eine Phenylgruppe, eine Arylgruppe wie eine  $\beta$ -Phenylethyl-Gruppe, eine  $\beta$ -Phenylpropyl-Gruppe und eine univalent substituierte Kohlenwasserstoffgruppe wie eine Chlormethyl-Gruppe, eine 3,3,3-Trifluorpropylgruppe und eine chlorierte Phenylgruppe und dergleichen.  $R^1$  kann die gleichen oder zwei oder mehr verschiedene der oben aufgeführten Gruppen darstellen. Es ist nicht wünschenswert, daß die Alkylgruppe mehr als 30 Kohlenstoffatome enthält, weil es schwierig wird, damit zu arbeiten, und ihre thermische Stabilität wird auch verringert. Es ist bevorzugt, daß die Methylgruppe mindestens 50% der zahlenmäßigen Anzahl der organischen Gruppen ausmacht, weil sie leicht zu synthetisieren ist und eine gute thermische Beständigkeit aufweist.

Außerdem steht  $a$  für die Zahlen 1,9 bis 2,7 und gibt den Durchschnittswert pro Siliziumatom in dem Polymerelement an. Ein Wert von weniger als 1,9 führt zu einer harten Zusammensetzung, so daß die Wirkung der Erfindung drastisch verringert wird. Ein Wert von größer als 2,7 führt zu einem ungeeigneten Viskositätsbereich. In anderen Worten, es ist wünschenswert, daß die Organopolysiloxane einen Viskositätsbereich von  $n$  10 bis 100 000 mm<sup>2</sup>/s bei einer Temperatur von 25°C haben. Eine Viskosität  $v$   $n$  weniger als 10 mm<sup>2</sup>/s erhöht die Flüchtigkeit der Organopolysiloxane, was es schwierig macht, die Grundformulierung der Zusammensetzung beizubehalten. Andererseits führt eine Viskosität von größer als 100 000 mm<sup>2</sup>/s zu einer harten Zusammensetzung.

zung, so daß die Wirkung der Erfindung stark verringert wird. Derartige Organopolysiloxane können Mischungen mit verschiedenen Viskositäten sein, geradkettige oder verzweigte Moleküle oder eine Kombination davon haben.

Bei der vorliegenden Erfindung macht das Verdickungsmittel von (B) die Organopolysiloxane von (A) viskos, was wirksam ist hinsichtlich Stabilisierung des gebildeten Gels, um die Fließfähigkeit zu begrenzen. Beispiele dafür sind Siliziumoxid-Pulver, Metallseife, Kohlenstoff, Graphit, Talkum, organisch modifizierter Bentonit, Harnstoffharz, Molybdädisulfid und Teflon. Es ist notwendig, daß das Verdickungsmittel in einer Menge von 0,1 bis 50 Gew.-% bezogen auf 100 Gewichtsteile von Bestandteil (A) enthalten ist. Wenn die Menge weniger als 0,1 Gewichtsteile beträgt, kann kein geeigneter halbfester Zustand erhalten werden, so daß die Zusammensetzung sich nicht davor bewahren kann, verteilt zu werden. Eine Menge von über 50 Gewichtsteilen ist nicht wünschenswert, weil die Zusammensetzung in einem derartigen Ausmaß härtet, daß sie schwierig zu verwenden ist. Unter den Verdickungsmitteln sind Siliziumoxid-Pulver und Metallseife hervorragend für die Gelbildung, und sie sind insbesondere wirksam beim Erzeugen einer halbfesten Zusammensetzung.

Beispiele von Siliziumoxid-Pulver sind Aerosilsiliziumoxid, Abscheidungs-Siliziumoxid und Siliziumoxid-Aerogel. Sie können jeden beliebigen Teilchendurchmesser und jede beliebige Oberfläche haben. Diese Arten von Siliziumoxid-Pulver können zur Verwendung ihre Oberflächen mit Organosilan, Polyorganosilan, Organosilazan und dergleichen behandelt haben.

Zu verwendbaren Metallseifen gehören Lithiumstearat, Aluminiumstearat, Lithiumoleat, Aluminiumoleat, Natriumoleat und Calciumstearat. Beim Mischen mit flüssigem Organopolysiloxan können sie alleine oder in Kombination von zwei oder mehreren Arten verwendet werden. Das Siliziumoxid-Pulver und die Metallseife können jeweils alleine oder gemeinsam verwendet werden.

Bei der vorliegenden Erfindung ist das Fluor enthaltende oberflächenaktive Mittel (Bestandteil C) direkt wirksam zur Einschränkung der Verteilung des flüssigen Organopolysiloxans. Zu Beispielen davon gehören anionische, kationische, amphotere und nichtionische Aktivatoren. Zu verwendbaren anionischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mitteln gehören Perfluoralkylcarboxylat und Perfluoralkylphosphat; und zu verwendbaren cationischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mitteln gehören Perfluoralkyltrimethylammonium-Salz. Zu Beispielen von amphoteren Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mitteln gehören Perfluoralkylaminoxid und Perfluoralkylethylenoxid-Addukte. Es ist notwendig, daß diese Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittel in einer Menge von 0,01 bis 20 Gewichtsteilen bezogen auf 100 Gewichtsteile des Bestandteils (A) enthalten sind. Eine Menge von weniger als 0,01 Gewichtsteilen davon ist nicht genug für die Oberfläche des flüssigen Organopolysiloxans, so daß sie nicht ausreichend wirksam ist beim Verhindern der Verteilung. Eine Menge von mehr als 20 Gewichtsteilen zerstört die wesentlichen Eigenschaften der Silikonzusammensetzung.

Zu besonders zu bevorzugenden Beispielen der Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittel (Bestandteil C) gehören, wenn Alkylalkohol verwendet wird, anionische oberflächenaktive Mittel wegen ihrer gegenseitigen Löslichkeit und ihrer Anordnung, wenn sie gelöst sind. Zu brauchbaren, anionischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mitteln gehören Carboxylate und Phosphate, wobei unter den Carboxylaten Perfluoralkylcarboxylat zu bevorzugen ist, dessen allgemeine rationelle Formel durch die folgende Formel 4 dargestellt wird:

$\text{RfCO}_2^+ < \text{B} >^-$  (in der  $\text{Rf} = \text{C}_n\text{F}_{2n+1}$  (und  $n = 4$  bis  $14$ ) und  $< \text{B} >$  ein basisches Atom oder eine funktionelle Gruppe ist)

Ein zu bevorzugendes Perfluoralkylcarboxylat sind Ammoniumsalze, deren allgemeine rationelle Formel in der folgenden Formel 5 dargestellt ist, wegen der homogenen Dispersion in Organopolysiloxan:

$\text{RfCO}_2^+ \text{NH}_4^-$  (in der  $\text{Rf} = \text{C}_n\text{F}_{2n+1}$  (und  $n = 4$  bis  $14$ ))

Ein typisches Beispiel derartiger oberflächenaktiver Mittel ist ein fester Bestandteil von Surfion S-111, hergestellt von Seimichemical.

Das flüchtige, wasserlösliche Lösungsmittel (Bestandteil D), das bei der vorliegenden Erfindung verwendet wird, ist unentbehrlich zum richtigen und gleichförmigen Verteilen oder Dispergieren des Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels in dem Organopolysiloxan. Das flüchtige Lösungsmittel muß in der Lage sein, den Bestandteil (C) zu lösen. In der Zusammensetzung dispergiert es außerdem die Lösung mit dem darin gelösten Fluor enthaltenden Lösungsmittel und löst sie nicht. Daher muß dieses flüchtige, wasserlösliche Lösungsmittel eine gute Flüchtigkeit besitzen und nicht gegenseitig mit Organopolysiloxan löslich sein. Die Verwendung von leicht flüchtigem, wasserlöslichem Lösungsmittel (Bestandteil D), das nicht gegenseitig löslich ist mit Silikonöl, erlaubt es den Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mitteln, die darin gelöst sind, sehr wirksam, gleichförmig in der Zusammensetzung vorzuliegen.

Zu Beispielen davon gehören Alkohole wie Methylethanol, Ethylalkohol, Propylalkohol, Isopropylalkohol und Butylalkohol, und Ether wie Dimethylether, Diethylether und Methyläthylether. Diese flüchtigen, wasserlöslichen Lösungsmittel müssen in einer Menge von 0,1 bis 20 Gewichtsteilen, bezogen auf 100 Gewichtsteile des Bestandteils (A), verwendet werden. Wenn die Menge weniger als 0,1 Gewichtsteile beträgt, kann keine ausreichende Dispersion der Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittel erwartet werden, und wenn die Menge 20 Gewichtsteile überschreitet, veranlaßt das Lösungsmittel das oberflächenaktive Mittel dazu, auf der Oberfläche verteilt zu werden, so daß seine Hauptwirkungen nicht verwirklicht werden.

Die Silikonzusammensetzung der vorliegenden Erfindung ist nicht nur wirksam als ein Gleitmittel, sondern auch als eine Zusammensetzung zum Überwinden ähnlicher Probleme, die beim Gebrauch von Silikon enthaltenden Klebstoffen und Silikon enthaltenden Beschichtungen auftreten, indem man zu einer Zusammensetzung, die die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung als Basismaterial enthält, einen Bestandteil hinzufügt, der

sie härtet.

Die Silikonzusammensetzung der vorliegenden Erfindung wird hergestellt nach einem Verfahren, das die Reihe von Schritten enthält, die streng in der folgenden Reihenfolge auszuführen sind, des Mischens der vorstehenden Bestandteile (A) und (B), des Hinzufügens und ausreichend Lösens des Bestandteils (C) in dem Bestandteil (D); des Hinzufügens der Mischung, die den Bestandteil (C) in dem Bestandteil (D) gelöst enthält, zu einer Mischung des Bestandteils (A) und des Bestandteils (B), wonach die sich ergebende Mischung gleichförmig dispergiert und geknetet wird bei Raumtemperatur von bevorzugt 30°C der weniger.

Die Silikonzusammensetzung der vorliegenden Erfindung wurde getestet und es wurde geprüft, ob das Ausmaß, in dem sie aussickert, wirksam verringert wurde. Die Ergebnisse sind gezeigt durch Vergleich der Beispiele, Vergleichsbeispiele und konventionellen Beispiele.

Die Testprobe wurde hergestellt durch Beschichten jedes der Bestandteile in einer Dicke von 1 mm und innerhalb einer runden Fläche von 1 cm im Durchmesser auf eine ausreichend gewaschene Glasunterlage.

In dem Test wurden die vorgenannten Testproben erhitzt und in einem Gefäß mit konstanter Temperatur für eine bestimmte Zeitdauer stehen gelassen, wonach die Verteilungsfläche der beschichteten Oberfläche gemessen wurde. Die Testproben wurden jeweils bei einer Temperatur von 60°C, 85°C und 100°C 25, 50 bzw. 100 Stunden lang in dem Gefäß mit konstanter Temperatur stehen gelassen.

Die Testergebnisse wurden ausgewertet auf der Basis des Verhältnisses der Verteilungsfläche nach der Zeitspanne, die das Testmaterial stehen gelassen worden war, in Bezug zur ursprünglichen Fläche.

Die Bestandteile einer jeden der Testproben und ihre Zusammensetzungen sind in der Tabelle 1 unten gezeigt.

Tabelle 1

Zusammen- setzung	konventionelles Beispiel		Beispiel			
	①	②	①	②	③	④
a	100		100	100	100	100
b		100				
c	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
d			0.2		.005	
f						
g				0.2		
h					2	30
i						

Zusammen- setzung	Beispiel					
	①	②	③	④	⑤	⑥
a	100	100	100	100	100	100
b						
c	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
d	0.2	0.01	0.2	0.2		
e					0.2	
f						0.2
g						
h	2	2		5	2	2
i			2			

Einheit: Gewichtsteile

In Tabelle 1 ist Bestandteil a der Zusammensetzung Polydimethylsiloxan mit einer mittleren Viskosität von 1000 mm<sup>2</sup>/s, und Bestandteil b ist Polydimethylsiloxan mit einer mittleren Viskosität von 10 000 mm<sup>2</sup>/s. Bestandteil c ist Siliziumoxid-Aerogel. d verkörpert ein Beispiel eines anionischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels, nämlich ein Ammonium-Salz einer Perfluoralkylcarbonsäure; e verkörpert ein Beispiel eines anionischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels, nämlich Perfluoralkylphosphat; und f verkörpert ein

**Beispiel eines kationischen Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels, nämlich ein Perfluoralkyltrimethylammonium-Salz. g verkörpert ein Fluor enthaltendes oberflächenaktives Mittel mit einer Perfluoralkylethylenoxid-Kette. Außerdem verkörpert h Ethylalkohol, und e verkörpert Methylalkohol.**

Das konventionelle Beispiel 1 ist eine Standard-Siliconzusammensetzung, die verbessert werden muß, um sie am Diffundieren oder sich Verteilen auf der Oberfläche zu hindern, während sie ihre Fließfähigkeit und andere Eigenschaften beibehält. Das konventionelle Beispiel 2 ist eine Zusammensetzung, in der die Viskosität des als eine Basis dienenden flüssigen Bestandteils gesteigert ist, wie es ausgeführt wird als ein allgemeines Verfahren zum Begrenzen der Diffusion. Dieses Verfahren verändert jedoch beträchtlich ihre wesentlichen Eigenschaften wie Fließfähigkeit (entsprechend dem konventionellen Beispiel 1), was zur Erzeugung einer Zusammensetzung mit unterschiedlichen Eigenschaften führt. Vergleichsbeispiel 1 ist ein Beispiel, das unter den Bestandteilen der vorliegenden Erfindung den Bestandteil (D), nämlich das flüchtige Lösungsmittel, nicht enthält und die Eigenschaften des konventionellen Beispiels 1 beibehält. Das Vergleichsbeispiel 2 ist ein Beispiel, das den Bestandteil (C) enthält oder das Fluor enthaltende oberflächenaktive Mittel, von dem man sagt, daß es wirksam sei beim Verhindern von Diffusion von anderen Zusammensetzungen, als jenen, die Silikon enthalten, auf der Oberfläche. Diese Zusammensetzung behält ebenfalls die Eigenschaften des konventionellen Beispiels bei. Vergleichsbeispiel 3 ist ein Beispiel einer Zusammensetzung, die unter den Bestandteilen der vorliegenden Erfindung den Bestandteil (C) oder Fluor enthaltende Lösungsmittel in einer Menge außerhalb des Bereichs der Ansprüche enthält. Vergleichsbeispiel 4 ist ein Beispiel einer Zusammensetzung, die den Bestandteil (D) der vorliegenden Erfindung in einer Menge außerhalb des Bereichs der Ansprüche enthält. Das verursacht bedeutsame Veränderungen in der Fließfähigkeit im beschichteten Zustand, aber nachdem das flüchtige Lösungsmittel verdunstet ist, behält es die Eigenschaften des konventionellen Beispiels 1 bei.

Nach ausreichender Diffusion oder Verteilung des flüchtigen Lösungsmittels zeigt jede der Zusammensetzungen der Beispiele die genau gleiche Schmierleistung wie das konventionelle Beispiel 1.

Die Auswertung der Testergebnisse der Oberflächendiffusion ist in Tabelle 2 unten gezeigt.

This image shows a single sheet of white paper with horizontal blue or grey ruling lines. There are two vertical lines on each side, creating three columns of varying widths. The paper appears to be from a notebook or a form book. The top edge has some faint, illegible markings, possibly from a previous page or binding. The overall appearance is that of a clean, unused page.



Tabelle 2

	zu Be- ginn	60 °C			85 °C			100 °C		
		25	50	100h	25	50	100h	25	50	100h
konventionelles Bsp. ①	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×
konventionelles Bsp. ②	○	△	×	×	×	×	×	×	×	×
Vergleichsbeispiel ①	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×
Vergleichsbeispiel ②	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×
Vergleichsbeispiel ③	○	○	○	△	○	△	×	×	×	×
Vergleichsbeispiel ④	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
Beispiel ①	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
Beispiel ②	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
Beispiel ③	○	○	○	○	○	△	△	○	△	△
Beispiel ④	○	○	○	△	○	△	△	○	△	×
Beispiel ⑤	○	○	○	△	○	△	△	○	△	△
Beispiel ⑥	○	○	○	△	○	△	△	○	△	△

## Bewertungsmaßstäbe

○ : &lt; x 1,5

△ : x 1,6 bis x 10

× : &gt; x 10

Wie es aus Tabelle 2 offensichtlich ist, erlaubt es das bloße Hinzufügen des Bestandteils (C), nämlich des Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels, in den Vergleichsbeispielen 1 und 2 nicht, wirksam ein Aussickern der Zusammensetzung zu verhindern. Andererseits zeigten die Beispiele der vorliegenden Erfindung über einen breiten Temperaturbereich und in Bereichen erhöhter Temperatur auffallend positive Wirkungen, die bei den konventionellen Beispielen nicht beobachtet werden.

Das liegt daran, weil das Fluor enthaltende Lösungsmittel durch das Verfahren zur Herstellung einer Siliconzusammensetzung nach der vorliegenden Erfindung gleichförmig in der Silicon enthaltenden Zusammensetzung vorliegen kann, wobei das Verfahren die Schritte aufweist des Lösens des vorgenannten Bestandteils (C) in dem leicht flüchtigen wasserlöslichen Lösungsmittel und des gleichförmig Dispergierens und Knetens der sich ergebenden Lösung in die Silicon enthaltende Zusammensetzung.

Wie es aus dem oben beschriebenen Ergebnissen offensichtlich ist, kann die Diffusion auf der Oberfläche des beschichteten Bereichs über einen breiten Temperaturbereich ausgeschaltet werden. Dies wird ermöglicht durch eine Siliconzusammensetzung der vorliegenden Erfindung, die, bezogen auf 100 Gewichtsteile Bestandteil A oder Organopolysiloxan, 0,1 bis 50 Gewichtsteile Bestandteil B oder Verdickungsmittel, 0,01 bis 20 Gewichtsteile Bestandteil C oder Fluor enthaltendes oberflächenaktives Mittel und 0,1 bis 20 Gewichtsteile Bestandteil D oder flüchtiges, wasserlösliches Lösungsmittel enthält. Diese Zusammensetzung wird erhalten durch gleichförmiges Kneten einer Mischung des in dem Bestandteil (D) gelösten Bestandteils (C) in eine Mischung des Bestandteils (A) und des Bestandteils (B), wobei der Bestandteil (C) wirksam ist hinsichtlich Verhinderung von Oberflächendiffusion.

## Patentansprüche

## 1. Siliconzusammensetzung aufweisend:

(A) 100 Gewichtsteile Organopolysiloxan;

(B) 0,1 bis 50 Gewichtsteile Verdickungsmittel;

(C) 0,01 bis 20 Gewichtsteile Fluor enthaltendes oberflächenaktives Mittel; und

(D) 0,1 bis 20 Gewichtsteile flüchtiges wasserlösliches Lösungsmittel.

## 2. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 1, bei der das Verdickungsmittel Metallseife ist.

## 3. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 1, bei der das Verdickungsmittel Siliciumoxid-Pulver ist.

## 4. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 3, bei der das Siliciumoxid-Pulver Aerosol-Siliciumoxid ist.

## 5. Siliconzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, bei der das Fluor enthaltende oberflächenaktive Mittel ein anionisches Fluor enthaltendes oberflächenaktives Mittel ist.

## 6. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 5, bei der das anionische, Fluor enthaltende oberflächenaktive Mittel Perfluoralkylcarboxylat ist, das verkörpert wird durch die folgende allgemeine rationelle Formel:

$$\text{RfCO}_2^+ <\text{B}>^- \quad (\text{in der } \text{Rf} = \text{C}_n\text{F}_{2n+1} \text{ (und } n = 4 \text{ bis } 14) \text{ und } <\text{B}> \text{ ein basisches Atom oder eine funktionelle Gruppe ist})$$

## 7. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 6, bei der das Perfluoralkylcarboxylat ein Ammoniumsalz ist, das verkörpert wird durch die folgende allgemeine rationelle Formel:

$$\text{RfCO}_2^+ \text{NH}_4^- \quad (\text{in der } \text{Rf} = \text{C}_n\text{F}_{2n+1} \text{ (und } n = 4 \text{ bis } 14))$$

## 8. Siliconzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, bei der das flüchtige, wasserlösliche Lösungsmittel Alkylalkohol ist.

## 9. Siliconzusammensetzung nach Anspruch 8, bei der das flüchtige, wasserlösliche Lösungsmittel Ethylalkohol ist.

## 10. Verfahren zur Herstellung einer Siliconzusammensetzung, folgende Schritte aufweisend:

Mischen von 100 Gewichtsteilen eines Bestandteils (A) oder Organopolysiloxan und 0,1 bis 50 Gewichtsteilen eines Bestandteils (B) oder Verdickungsmittels,

Lösen von 0,01 bis 20 Gewichtsteilen eines Bestandteils (C) oder Fluor enthaltenden oberflächenaktiven Mittels in 0,1 bis 20 Gewichtsteilen eines Bestandteils (D) oder flüchtigen, wasserlöslichen Lösungsmittels, und Hinzufügen der in dem früheren Schritt hergestellten Mischung, die den Bestandteil (C) in dem Bestandteil (D) gelöst enthält, zu der in dem früheren Schritt hergestellten Mischung der Bestandteile (A) und (B), wonach die sich ergebende Mischung gleichförmig dispergiert und geknetet wird.